

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **09061142 A**

(43) Date of publication of application: **07.03.97**

(51) Int. Cl. **G01B 15/02**

(21) Application number: **07221789**

(22) Date of filing: **30.08.95**

(71) Applicant: **HITACHI LTD**

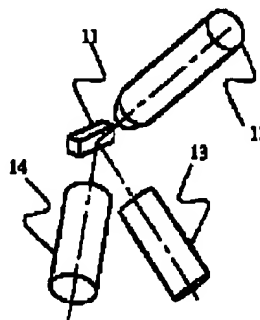
(72) Inventor: **FURUKAWA TAKASHI  
KOIKE KAZUYUKI**

(54) **METHOD AND APPARATUS FOR MEASUREMENT OF FILM THICKNESS** COPYRIGHT: (C)1997,JPO

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method in which the film thickness of a sample whose film is being formed by a vacuum evaporation operation is measured and controlled with accuracy at one atomic layer thickness by an apparatus configuration which is low-cost and whose structure is comparatively simple and to provide its apparatus.

SOLUTION: An apparatus is composed of a substrate 11, of an electron gun 12 by which the substrate 11 is irradiated with primary electrons, of a vapor deposition device 13 by which a sample is vapor-deposited on the substrate 11 and of a secondary electron detector 14 which measures the intensity of secondary electrons sputtered by the primary electrons. The electron gun has a function to freely set the energy of the primary electrons from about 10eV up to about 5keV. At this time, the angle of incidence on the sample of the primary electrons is larger than an angle of total reflection.



(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-61142

(43)公開日 平成9年(1997)3月7日

(51)Int.Cl.<sup>9</sup>  
G 0 1 B 15/02

識別記号 庁内整理番号

F I  
G 0 1 B 15/02

技術表示箇所  
D

審査請求 未請求 請求項の数7 O L (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平7-221789

(22)出願日 平成7年(1995)8月30日

(71)出願人 000005108

株式会社日立製作所  
東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(72)発明者 古川 貴司

埼玉県比企郡鳩山町赤沼2520番地 株式会  
社日立製作所基礎研究所内

(72)発明者 小池 和幸

埼玉県比企郡鳩山町赤沼2520番地 株式会  
社日立製作所基礎研究所内

(74)代理人 弁理士 蔭田 利幸

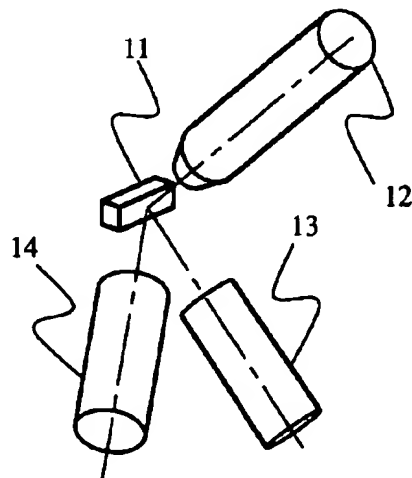
(54)【発明の名称】 膜厚計測法および装置

(57)【要約】

【目的】 安価で構造が比較的簡単な装置構成で、真空蒸着による成膜中の試料の膜厚を1原子層厚精度で測定および制御する方法、およびその装置を提供すること。

【構成】 基板11、およびこの基板11に1次電子を照射するための電子銃12、基板11上に試料を蒸着する蒸着装置13、1次電子によりたたき出された2次電子の強度を測定するための2次電子検出器14からなる。電子銃12は1次電子のエネルギーを10eV程度から5keV程度まで自由に設定できる機能を持つ。このとき、1次電子の試料への入射角は全反射角よりも大きい。

図 1



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】真空蒸着による薄膜試料作製中に、試料表面へ1次電子を照射することにより放出される2次電子の強度が、試料の膜厚の関数として1原子層厚の周期で振動する現象を利用した膜厚測定法において、1次電子の試料表面から測った入射角を、電子の試料に対する全反射角よりも大きくすることを特徴とする膜厚計測法。

【請求項2】2次電子の強度振動が得られる条件において現れる試料への吸収電流振動を利用する請求項1記載の膜厚計測法。

【請求項3】強度振動測定を行う2次電子のエネルギーをエネルギー分析器によって選別することにより、振動が最も明瞭にあらわれるエネルギーを持った2次電子だけを用いる請求項1記載の膜厚計測法。

【請求項4】1次電子エネルギーを任意の値に設定して2次電子強度振動もしくは吸収電流振動が最も明瞭に現れる1次電子のエネルギーを選別して利用する請求項1もしくは請求項2記載の膜厚計測法。

【請求項5】真空蒸着による薄膜試料が表面に形成されるための基板、前記試料表面へ1次電子を照射する電子銃、前記1次電子の照射により試料表面より放出される2次電子を検出する2次電子検出器を備え、前記電子銃の試料表面への1次電子の照射角が試料表面から見て全反射角より大きい角度となるように設定されていることを特徴とする膜厚計測装置。

【請求項6】前記2次電子に代えて、試料への吸収電流振動を検出する請求項5記載の膜厚計測装置。

【請求項7】前記検出2次電子のエネルギーを分析するためのエネルギー分析器を備える請求項5記載の膜厚計測装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、分子線エビタキシーなどの真空蒸着法による成膜中に、試料の膜厚を1原子層厚以下の精度で計測する方法および装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】真空蒸着法により試料を成膜する際、2次電子の強度が1原子層厚の周期で振動する現象を利用することが可能だと考えられるが、この現象は、従来、反射高速電子回折の実験条件で観測されており、ジャーナル・オブ・クリスタル・グロウス（Journal of Crystal Growth）81巻（1987年）55頁から58頁に報告されている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかし、上記方法は、1次電子を試料表面すれすれ（試料表面から測って、電子の全反射角程度以下。以下、角度はすべて試料表面から測るものとする）に入射させることを必要とするため、電子の試料への入射を妨げないような特殊な試料台、および1次電子の入射角を調整するための機構が試

料台もしくは電子銃に必要となるため、装置全体が大型化および複雑化し、これによって装置の取扱が困難になる欠点および装置全体の価格が高価になる欠点があった。

【0004】発明が解決しようとする課題は、安価で構造が単純かつコンパクトな装置を用いて、真空蒸着による成膜中の試料の膜厚を1原子層厚以下の精度で測定および制御することにある。

## 【0005】

- 10 【課題を解決するための手段】上記の問題点は、1次電子の試料への入射角を全反射角よりも大きな角度とすることで解決できる。

## 【0006】

【作用】従来の技術において、反射高速電子回折の実験条件で観測されている2次電子の強度振動は、サーフェイス・サイエンス・レターズ（Surface Science Letters）245巻（1991年）L159頁からL162頁に解説されている内容を用いて、次のように説明できる。

- 20 【0007】真空蒸着中の試料が層状成長している場合、その表面に形成されるステップの密度は1原子層周期で振動する。1次電子を試料に全反射角以内の角度で入射させても、試料表面にステップが存在する場合、その端から電子は試料内に侵入できる。侵入した電子の一部は試料内部での回折によって表面へ向うが、さらにその一部が試料表面での全反射によって再び試料内部に向い吸収される。よってステップ密度が振動すれば試料に吸収される電子数も振動することになる。2次電子数は1次電子数と試料に吸収される電子数の差であるから、試料に吸収される電子数が変化すれば、2次電子強度も
- 30 変化することになる。

【0008】以上により従来の技術では、1次電子の試料への入射角が全反射角よりも大きい場合、2次電子振動は観測されない、と考えられてきた。

- 40 【0009】しかし、発明者の研究結果によれば、次の原理により、1次電子の試料への入射角が全反射角よりも大きい場合でも、2次電子振動が観測され得る。すなわち、2次電子の収率は試料表面の仕事関数が小さいと大きくなるから、仕事関数が振動すれば2次電子強度も振動することになる。蒸着中の試料表面の仕事関数の振動は、サーフェイス・サイエンス（Surface Science）298巻（1993年）173頁から186頁に解説されている。

【0010】また、同じ現象を次のように説明することもできる。すなわち、基板上に試料を蒸着する場合、試料が薄膜であるとその中に量子井戸が形成される。この量子井戸状態は試料と基板の界面および試料表面の2つの境界条件で規定される。ここで前者の境界条件は試料膜厚に依存しないと考えられるが、後者の境界条件である表面形状（荒さ）はステップ密度に応じて1原子層周期で変化し、薄膜試料内の電子の状態密度、したがってこれを反映する2次電子強度もこの周期で変化する。

【0011】発明者のこの研究結果によれば、1次電子の試料への入射角が全反射角よりも大きい場合でも、基板への試料の蒸着中に、2次電子振動が試料の層成長の周期と同期して振動するので、これにより蒸着中の試料の膜厚を1原子層厚以下の精度で知ることが可能となる。ここで、1次電子のエネルギーは、2次電子励起が可能となる最低のエネルギーである10eV程度よりも大きければ、特に制約はない。

【0012】

【実施例】図1は本発明による膜厚測定装置の実施例の第一の基本構成を示す図である。本構成は基板11、およびこの基板11に1次電子を照射するための電子銃12、基板11上に試料を蒸着する蒸着装置13、1次電子によりたたき出された2次電子の強度を測定するための2次電子検出器14からなる。ここで電子銃12は1次電子のエネルギーを10eV程度から5keV程度まで自由に設定できる機能を持つものとする。また、1次電子の試料への入射角は全反射角よりも大きければ、特に制約はない。

【0013】この構成では、基板11上に蒸着装置13を用いて試料を蒸着しながら、電子銃12によって約1keVのエネルギーを有する1次電子を照射する。このとき基板11上に形成された薄膜試料表面から放出される2次電子の強度を2次電子検出器14により測定する。測定された2次電子強度は基板11上に形成される試料の膜厚の関数として1原子層の周期で振動する。試料として金を蒸着したときの2次電子強度の振動を図2に示す。この振動の周期Tは試料の1原子層の厚さに等しいため、横軸である金の厚さをTで校正でき、正確な金薄膜の厚さがわかる。従って、この現象を用いることで高精度の膜厚計測が可能となる。

【0014】さらに、2次電子強度振動が最も顕著に現れる1次電子のエネルギーは試料の種類や面方位などによって異なる場合がある。本実施例では例として1次電子のエネルギーを1keV程度としたが、試料の種類や面方位に応じて1次電子のエネルギーを変えることで、2次電子強度振動が最も顕著に現れる最適の条件で本方法を用いればよい。

【0015】図3は本発明による膜厚測定装置の実施例の第二の基本構成を示す図である。本構成は基板11、およびこの基板11に1次電子を照射するための電子銃12、基板11上に試料を蒸着する蒸着装置13、1次電子によりたたき出された2次電子を収集し効率よく伝送するための電子レンズ31、2次電子のエネルギーを選別するためのエネルギー分析器32、エネルギー分析された後の2次電子強度を測定するための2次電子検出器14からなる。さらに電子銃12は第一の実施例と同様に、1次電子のエネルギーを10eV程度から5keV程度まで自由に設定できる機能を持つものとする。また、第一の実施例と同様に、1次電子の試料への入射角は全反射角よりも大きければ、特に制約はない。

【0016】この構成では、基板11上に蒸着装置13により試料を蒸着しながら、電子銃12によって約1keVのエネルギーを有する1次電子を照射する。このとき基板11上に形成された薄膜試料表面から放出される2次電子を電子レンズ31によって収集し、エネルギー分析器32へ効率よく伝送する。エネルギー分析器32に入射した2次電子のうち特定のエネルギーを持った電子だけが2次電子検出器14に導かれ、その強度が測定される。測定された2次電子強度は第一の実施例と同様に、基板11上に形成される試料の膜厚の関数として振動し、その振動の周期Tが試料の1原子層の厚さに等しいため、この振動をモニタすることで高精度の膜厚計測が可能となる。

【0017】さらに、2次電子強度振動が最も顕著に現れる2次電子のエネルギー範囲は試料の種類や面方位などによって異なる場合がある。本実施例ではエネルギー分析器32によって特定のエネルギーを持った2次電子だけを2次電子検出器14に導くことができるので、これにより2次電子強度振動が最も顕著に現れるエネルギーを選び、その2次電子の強度を測定すればよい。

20 【0018】さらに、第一の実施例と同様に、2次電子強度振動が最も顕著に現れる1次電子のエネルギーは試料の種類や面方位などによって異なる場合があるため、本実施例でも試料の種類や面方位に応じて1次電子のエネルギーを調整することで、2次電子強度振動が最も顕著に現れる最適の条件で本方法を用いればよい。

【0019】図4は本発明による膜厚測定装置の実施例の第三の基本構成を示す図である。本構成は基板11、およびこの基板11に1次電子を照射するための電子銃12、基板11上に試料を蒸着する蒸着装置13からなる。さらに電子銃12は第一の実施例と同様に、1次電子のエネルギーを10eV程度から5keV程度まで自由に設定できる機能を持つものとする。また、第一の実施例と同様に、1次電子の試料への入射角は全反射角よりも大きければ、特に制約はない。

30 【0020】この構成では、基板11上に蒸着装置13を用いて試料を蒸着しながら、電子銃12によって約1keVのエネルギーを有する1次電子を照射する。このとき基板11において測定される吸収電流は基板11上に形成される試料の膜厚の関数として1原子層の周期で振動する。この振動の様子は図2に示した2次電子強度の振動と同様である。この振動の周期Tは2次電子強度の振動の周期と同じく試料の1原子層の厚さに等しいため、横軸である金の厚さをTで校正でき、正確な金薄膜の厚さがわかる。従って、この現象を用いることで高精度の膜厚計測が可能となる。本実施例では第一の実施例とは異なり、2次電子検出器を必要としないので、より簡便な膜厚計測装置の実現が可能となる。

50 【0021】さらに、吸収電流振動が最も顕著に現れる1次電子のエネルギーは2次電子強度振動と同様に、試料の種類や面方位などによって異なる場合がある。本実

施例では例として1次電子のエネルギーを1keV程度としたが、試料の種類や面方位に応じて1次電子のエネルギーを変えることで、吸収電流振動が最も顕著に現れる最適の条件で本方法を用いばよい。

【0022】図5は本発明による膜厚測定装置の実施例の第四の基本構成を示す図である。本構成は基板11、およびこの基板11に1次電子を照射するための電子銃12、基板11上に試料を蒸着する蒸着装置13、1次電子によりたたき出された2次電子の強度を測定するための2次電子検出器14、およびこれら装置の制御とデータ収集を行うためのコンピュータ51からなる。さらに電子銃12は第一の実施例と同様に、1次電子のエネルギーを10eV程度から5keV程度まで自由に設定できる機能を持つものとする。また、第一の実施例と同様に、1次電子の試料への入射角は全反射角よりも大きければ、特に制約はない。

【0023】この構成では、基板11上に蒸着装置13により試料を蒸着しながら、電子銃12によって約1keVのエネルギーを有する1次電子を照射する。このとき基板11上に形成された薄膜試料表面から放出される2次電子の強度を2次電子検出器13により測定する。測定された2次電子強度は第一の実施例と同様に、基板11上に形成される試料の膜厚の関数として振動し、その振動の周期Tが試料の1原子層の厚さに等しいため、これにより高精度の膜厚計測が可能となる。この2次電子強度振動の信号をコンピュータ51によりモニタすることで、膜厚測定が自動化される。

【0024】さらに、本実施例では第一の実施例と同様に、2次電子強度振動が最も顕著に現れる1次電子のエネルギーは試料の種類や面方位などによって異なる場合があるため、本実施例でも試料の種類や面方位に応じて1次電子のエネルギーを調整することで、2次電子強度振動が最も顕著に現れる最適の条件で本方法を用いばよい。このとき2次電子強度振動測定および電子銃12の制御をコンピュータ51で行うことにより自動化が可能となる。

【0025】さらに、本実施例では蒸着時間に対する膜厚をコンピュータ51でモニタし、その蒸着速度が任意の速度になるように蒸着装置13を制御することにより、蒸着速度制御を自動化できる。

【0026】さらに、本実施例では蒸着時間に対する膜厚をコンピュータ51でモニタし、目的とする膜厚が得られたところで蒸着をコンピュータ51により自動停止することで、任意の膜厚の試料作製が自動的にできる。このとき目的とする膜厚の情報はあらかじめコンピュータ51

に入力しておけばよい。

【0027】さらに、2次電子強度振動が最も顕著に現れる2次電子のエネルギー範囲は試料の種類や面方位などによって異なる場合がある。従って本実施例でも第二の実施例と同様に、エネルギー分析器を利用することで特定のエネルギーを持った2次電子だけを2次電子検出器14に導き、その2次電子の強度を測定すればよい。このエネルギー選別もコンピュータ51により自動化することができる。

10 【0028】さらに、本実施例では2次電子強度振動を利用したが、第四の実施例に示した吸収電流振動を利用することもできる。この場合、2次電子検出器14は不要となり、装置全体の構成はさらに簡便なものとなる。

【0029】なお、上述の説明では、試料に対する電子線の照射は、試料の全面に対して行なうこととしたが、電子線を絞って、試料の特定の領域での膜厚測定とする場合でも同様に実施できる。

【0030】

【発明の効果】本発明によれば、1次電子の入射角を全反射角よりも大きくして試料に照射することで、真空蒸着による成膜中の試料の膜厚を1原子層厚以下の精度で測定および制御できるので、装置全体の構成が簡略化され、取り扱いが容易になり装置全体の価格も安価となる効果がある。さらに本発明によれば、反射高速電子回折を用いた従来装置よりも構造が比較的簡単な低エネルギー用の電子銃を用いているため、専用の高電圧電源や電子銃、電子光学系を用いるのに比べ装置全体が安価なシステムとなる効果がある。これらの効果の学術分野への応用、さらにはその工業的価値は非常に高いものである。

30 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の基本構成を表す図。

【図2】本発明により得られた2次電子強度振動の図。

【図3】本発明とエネルギー分析器の組み合わせを示す図。

【図4】本発明に吸収電流振動を利用した場合の構成を表す図。

【図5】本発明とコンピュータによる蒸着の自動制御を示す図。

40 【符号の説明】

11…基板、12…電子銃、13…蒸着装置、14…2次電子検出器、31…電子レンズ、32…エネルギー分析器、51…コンピュータ。

【図1】

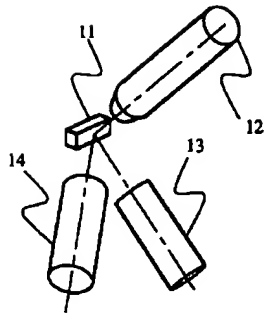


図1

【図2】

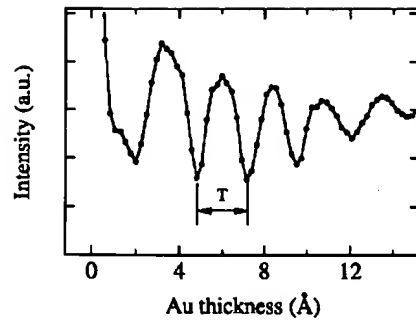


図2

【図3】

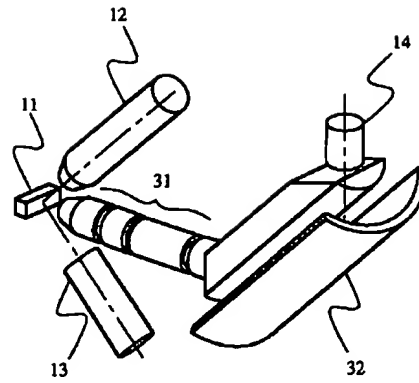


図3

【図4】

図4

【図5】

図5

